



TITLE:

Near-infrared Hyperspectral Imaging of
Polymeric Products for Nondestructive
Quality Assessment in Polymer Processing(
Abstract_要旨)

AUTHOR(S):

Muroga, Shun

CITATION:

Muroga, Shun. Near-infrared Hyperspectral Imaging of Polymeric Products for Nondestructive Quality Assessment in Polymer Processing. 京都大学, 2019, 博士(工学)

ISSUE DATE:

2019-03-25

URL:

<https://doi.org/10.14989/doctor.k21734>

RIGHT:

許諾条件により本文は2020-03-01に公開

京都大学	博士（工学）	氏名	室賀 駿
論文題目	Near-infrared Hyperspectral Imaging of Polymeric Products for Nondestructive Quality Assessment in Polymer Processing (近赤外ハイパースペクトルイメージングによる高分子成形体の非破壊品質評価技術)		
(論文内容の要旨)			
<p>時代の流れとともに高分子材料は進化し続けており、多種多様な高分子成形・加工プロセスを経て最終製品が作り出されている。高分子材料の製品物性は、材料の配合や装置の操作条件など様々な因子によって制御あるいは変化する。そのため、材料および製品の品質を保証するための評価技術は非常に重要視されている。その中で、近赤外分光法（NIR）による非破壊かつ迅速な高分子材料の評価法が注目されてきた。NIR は化学結合に対応した特異的な吸収を用いて対象の化学構造を評価する手法であり、試料の非破壊全数検査を行うに適した手法である。近年センサー開発技術の発展に伴って高面積を迅速かつ非破壊で、分光情報と空間情報を取得可能な近赤外ハイパースペクトルイメージング（NIR-HSI）計測技術が発展してきた。一方で高分子成形体の評価に関する研究が進んでおらず、NIR-HSI による高分子成形体の品質評価技術はいまだ確立していない。そこで本論文では高分子成形加工プロセスにおける NIR-HSI による品質管理技術の発展を目指し、品質管理が困難であると考えられる分解性樹脂、複合材料の2つを対象とした品質評価法について検討した。統計的なデータ解析及び光輸送現象の定式化の2つの観点から、高分子成形体の品質評価技術の開発に取り組んだ結果をまとめている。本論文は緒論と結論を含め五章で構成されている。</p> <p>第一章は緒論であり、高分子材料の分析技術や非破壊検査技術、加えて既往の NIR による高分子材料の評価についてまとめ、本論文の学術的実地的な新規性ならびに実用性について示している。</p> <p>第二章では、NIR を用いたバイオマス由来の生分解性樹脂であるポリ乳酸 (PLA) の乾燥状態の評価手法を創案した結果をまとめている。PLA は遅い結晶化速度や高い分解性のため成形品の品質制御が困難であることで知られている。特に高温での成形過程では、原料内の水分により加水分解が促進され、機械的強度などの物性が大きく低下するため、成形前の予備乾燥プロセスが非常に重要視されている。本章では、PLA 予備乾燥プロセスの高効率化に向けた NIR-HSI による乾燥状態の評価手法の開発に取り組んだ結果をまとめている。含水率に対応した水の吸収バンドの変化を用いて、PLA 中の含水量の推定モデルを Partial Least Squares (PLS) 回帰によって統計的にモデルを構築した。また、PLA はガラス転移温度が約 60℃の半結晶性高分子であり、乾燥のための熱処理によって結晶化が起こる。結晶相では水分子の存在率は極端に低くなることから、結晶化が含水率に与える影響は大きい。創案した手法では、結晶化度変動に対してロバストな PLS モデルを構築し、PLA の乾燥状態の非破壊評価を可能にした。</p> <p>第三章では、第二章の結果を受けて NIR を用いた PLA の劣化状態の評価手法を提案している。PLA は、水分により加水分解が促進され、成形体の物性が著しく低下する。その問題を解決するために、NIR によって成形後の PLA の劣化度を検出することで成形体の非破壊品質検査が利用可能であると考えた。成形条件を変えて劣化度の異なる PLA を成形し、機械的特性、結晶化度及び NIR スペクトルに与える影響を検討した。劣化の進行による PLA の分子鎖末端の OH 基の増加から劣化度を、結晶・非晶由来の吸収バ</p>			

京都大学	博士（工学）	氏名	室賀 駿
<p>ンドから結晶化度を評価できることが明らかになった。NIR スペクトルの変化から曲げ物性と結晶化度を推定するモデルを構築し、NIR-HSI に組み込むことによって、試料間の劣化度や結晶化度の違いを明確に可視化できることを示した。</p> <p>第四章では、光の物理モデルに基づいた拡散反射測定による複合材料の評価技術を創案している。粒子や繊維などのフィラーを分散させた複合材料の物性は、フィラーの濃度や大きさに大きく影響される。個々の成形品間や成形品内部のフィラーの濃度やサイズを評価するために近赤外光の吸収から化学構造や化学種濃度を、散乱からフィラーの大きさや分散度評価できると考えた。本章では、複合材料を異なる基板上に載せて NIR-HSI 測定を行い、取得したスペクトルを光の物理モデルに基づいて解析することで吸収係数と換算散乱係数を出力する手法を開発した結果をまとめている。提案法をポリジメチルシロキサン/シリカ粒子コンポジットに適用し、NIR 領域の多波長の吸収係数、換算散乱係数の取得可能か検証した。得られた吸収係数とシリカ粒子の吸収の間に線形関係があり、吸収係数による粒子濃度の推定が可能であることを示した。換算散乱係数の波長依存性から、べき指数を算出し、粒子サイズと対応したべき指数を得ていることが確かめられた。提案法による複合材料の評価が、粒子濃度・サイズの評価に有効であることが示された。</p> <p>第五章は結論であり、本論文で得られた成果ついて要約している。</p>			

(論文審査の結果の要旨)

本論文は、高分子成形体の迅速かつ非破壊な評価を目的とした、近赤外ハイパースペクトルイメージング (NIR-HSI) による品質評価技術に関する研究を纏めたものである。統計的なデータ解析による統計モデル及び光輸送現象の物理モデルを基本とした定式化の両アプローチに基づいた評価法の開発を行っている。得られた主要な成果は以下の通りである。

1) 分解性樹脂の乾燥状態の評価

成形中の分解により品質制御が困難なポリ乳酸 (PLA) を対象に、成形前の乾燥状態の評価手法を検討した。PLA の含水率と NIR スペクトルの相関関係から、統計的に含水率を推定するモデルを構築した。含水率推定時に PLA の結晶化度が推定に与える影響を明らかにし、結晶化度の変動を考慮した Partial Least Squares (PLS) 回帰モデルの構築による樹脂乾燥状態の可視化手法を創案し、その有効性を示した。

2) 分解性樹脂の劣化状態の評価

上記 1) で対象とした PLA を対象樹脂として、成形中に熱分解あるいは水により材料物性が低下した成形体の劣化度を検出する手法を検討した。成形条件が PLA 成形体の NIR スペクトルと機械的特性、結晶化度に与える影響を明らかにし、その相関関係から PLS 回帰による物性推定の統計モデルを構築した。空間的に物性の劣化度が異なる様子を画像処理して可視化し、機械的特性が低下した劣化成形体の迅速な検出が可能であることを示した。

3) 複合材料の化学構造・フィラーサイズの同時評価

複合材料の物性を大きく左右するフィラーサイズと材料の化学構造を同時に評価する手法を開発した。近赤外光の拡散反射の物理原理に基づいて、試料を載せる基板を変えて取得した拡散反射スペクトルから散乱スペクトルと吸収スペクトルをデカップリングする計算式を定式化し、複合材料の吸収ならびに散乱スペクトルを同時に取得・解析できる光分析法を創案した。この手法をポリジメチルシロキサン/シリカ粒子コンポジットの評価に適用し、粒子濃度や粒子サイズに対応した吸収・散乱スペクトルが得られていることを示し、開発した評価技術の有効性を明らかにした。

このように本論文は、近赤外のスペクトルデータを活用して、材料の空間的な物性の分布を解析評価できる技術をまとめたものであり、新規で有用な知見を多く含んでおり、学術上、實際上寄与するところが少なくない。よって、本論文は博士 (工学) の学位論文として価値あるものと認める。また平成 31 年 1 月 23 日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行って、申請者が博士後期課程学位取得基準を満たしていることを確認し、合格と認めた。

なお、本論文は、京都大学学位規程第 14 条第 2 項に該当するものと判断し、公表に際しては、当該論文の全文に代えてその内容を要約したものとすることを認める。

要旨公開可能日： 2019 年 3 月 25 日以降